

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
**Image Problem Mailbox.**

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-221230

(43)Date of publication of application : 05.08.2003

(51)Int.CI.

C01G 23/053  
B01J 21/06  
B01J 35/02  
// C09D 1/00

(21)Application number : 2002-023214

(71)Applicant : SUMITOMO CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 31.01.2002

(72)Inventor : SAKATANI YOSHIAKI  
KOIKE HIRONOBU  
ANDO HIROYUKI

## (54) CERAMIC DISPERSION AND ITS PRODUCTION METHOD

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a ceramic dispersion capable of forming a film which easily recovers its hydrophilicity by an optical irradiation even when contaminated with a lipophilic substance, and also to provide a method for production thereof.

**SOLUTION:** This ceramic dispersion is produced by dispersing a dispersoid comprising a ceramic in a dispersion medium comprising an acidic aqueous medium (hydrochloric, nitric, sulfuric, phosphoric, perchloric or carbonic acid). The ceramic comprises oxides, nitrides, sulfides, oxynitrides, oxysulfides or the like of one or more metal elements such as Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Mn, Tc, Re, Fe, Co, Ni, Ru, Rh, Pd, Os, Ir, Pt, Cu, Ag, Au, Zn, Cd, Ga, In, Tl, Ge, Sn, Pb, Bi, La, Ce and the like. The ceramic dispersion is characterized in that the index X expressed by the formula:  $X=T_1/T_2$  is 0.175 or below when defining the transmittance at the wave length of 400 nm as  $T_1(\%)$  and that at 800 nm as  $T_2(\%)$ .

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-221230

(P2003-221230A)

(43) 公開日 平成15年8月5日 (2003.8.5)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>  
C 01 G 23/053  
B 01 J 21/06  
35/02  
// C 09 D 1/00

識別記号

F I  
C 01 G 23/053  
B 01 J 21/06  
35/02  
C 09 D 1/00

テマコード(参考)  
4 G 0 4 7  
M 4 G 0 6 9  
J 4 J 0 3 8

審査請求 未請求 請求項の数13 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2002-23214(P2002-23214)

(22) 出願日 平成14年1月31日 (2002.1.31)

(71) 出願人 000002093

住友化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 酒谷 能彰

愛媛県新居浜市惣開町5番1号 住友化学  
工業株式会社内

(72) 発明者 小池 宏信

愛媛県新居浜市惣開町5番1号 住友化学  
工業株式会社内

(74) 代理人 100093285

弁理士 久保山 隆 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セラミックス分散液およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 親油性物質で汚染されても光照射によって容易に親水性を回復する膜が形成可能なセラミックス分散液およびその製造方法を提供する。

【解決手段】 酸性水性媒体（塩酸、硝酸、硫酸、リン酸、過塩素酸または炭酸など）からなる分散媒にセラミックス (Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Mn, Tc, Re, Fe, Co, Ni, Ru, Rh, Pd, Os, Ir, Pt, Cu, Ag, Au, Zn, Cd, Ga, In, Tl, Ge, Sn, Pb, Bi, La, Ce) のような金属元素の1種または2種以上の酸化物、窒化物、硫化物、酸窒化物または酸硫化物など）からなる分散質が分散しており、かつ波長400nmにおける透過率をT<sub>1</sub> (%) とし、波長800nmにおける透過率をT<sub>2</sub> (%)としたとき、下式(I)

$$X = T_1 / T_2 \quad (I)$$

で示される指数Xが0.175以下であることを特徴とするセラミックス分散液。

(2)

I

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 酸性水性媒体からなる分散媒にセラミックスからなる分散質が分散しており、かつ波長400nmにおける透過率をT<sub>1</sub>（%）とし、波長800nmにおける透過率をT<sub>2</sub>（%）としたとき、下式(I)

$$X = T_1 / T_2 \quad (I)$$

で示される指数Xが0.175以下であることを特徴とするセラミックス分散液。

【請求項2】 セラミックスが、アナターゼ型酸化チタンである請求項1記載のセラミックス分散液。

【請求項3】 セラミックスが、平均粒子径500nm以下の粒子である請求項1または2記載のセラミックス分散液。

【請求項4】 酸性水性媒体が、無機酸の水溶液である請求項1～3のいずれか1項に記載のセラミックス分散液。

【請求項5】 酸性水性媒体中の酸の量が、セラミックスに対して、0.0001モル倍以上である請求項1～4のいずれか1項に記載のセラミックス分散液。

【請求項6】 透過スペクトルを測定したときの、波長400nm～420nmでのスペクトルの透過率の積算値をAとし、波長780nm～800nmでのスペクトルの透過率の積算値をBとしたとき、下式(II)

$$Y = A / B \quad (II)$$

で示される指数Yが0.4以下である請求項1～5のいずれか1項に記載のセラミックス分散液。

【請求項7】 透過スペクトルを微分して得られる1次微分スペクトルについて、そのスペクトル強度が極大となる波長が400～760nmにある請求項6記載のセラミックス分散液。

【請求項8】 セラミックスと酸と水を混合し、この混合物に85℃未満の温度で分散処理を施すことを特徴とするセラミックス分散液の製造方法。

【請求項9】 セラミックスが、チタン化合物と塩基をpH2～7で反応させ、生成物にアンモニアを添加し、熟成した後、固液分離し、ついで固体形を焼成して得られる酸化チタンである請求項8記載の方法。

【請求項10】 チタン化合物が、三塩化チタン、四塩化チタン、硫酸チタン、オキシ硫酸チタンおよびオキシ塩化チタンから選ばれる請求項9記載の方法。

【請求項11】 塩基が、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、アンモニア、ヒドラジン、ヒドロキシルアミン、モノエタノールアミン、非環式アミン化合物および環式脂肪族アミン化合物から選ばれる請求項9または10記載の方法。

【請求項12】 セラミックスと混合される酸が無機酸である請求項8～11のいずれか1項に記載の方法。

【請求項13】 分散処理が、湿式ミルを用いて行われる請求項8～12のいずれか1項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

2

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、セラミックス分散液およびその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、各種材料の表面を光触媒的に親水性にする方法およびそのときに用いる光触媒用セラミックス分散液が注目されており、また分散質が酸化チタンであるものについては市販もされている。ところが、市販の光触媒用酸化チタン分散液から得られる膜は、太陽光が照射されると、ある程度の親水性を有して防曇効果や自己洗浄効果を示すものの、親油性物質の汚染が膜全面にまで一旦広がると、親水性を回復するまでに長時間が必要となる問題があり、改良が要望されていた。なお、「光触媒的に親水性にする」とは、材料表面にある膜中の触媒を光照射により活性化して、膜をそれ自身親水性とするか、膜表面にある低親水性物質（親油性物質など）を分解して膜の親水性を回復させるか、またはこれらの両方を行うことを意味する。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 本発明者らは、親油性物質で汚染されても光照射によって容易に親水性を回復する膜が形成可能なセラミックス分散液を開発するために研究を行った結果、特定の分散媒にセラミックスを分散させ、かつ特定の光学特性をもつセラミックス分散液によれば、光触媒的に親水性になる膜が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 すなわち本発明は、酸性水性媒体からなる分散媒にセラミックスからなる分散質が分散しており、かつ波長400nmにおける透過率をT<sub>1</sub>（%）とし、波長800nmにおける透過率をT<sub>2</sub>（%）としたとき、下式(I)

$$X = T_1 / T_2 \quad (I)$$

で示される指数Xが0.175以下であることを特徴とするセラミックス分散液を提供するものである。

【0005】 また本発明は、セラミックスと酸と水を混合し、この混合物に85℃未満の温度で分散処理を施すことを特徴とするセラミックス分散液の製造方法を提供するものである。

## 【0006】

【発明の実施の形態】 以下、本発明を詳細に説明する。本発明のセラミックス分散液は、セラミックスを分散質とし、水性媒体を分散媒とするものである。

【0007】 分散質であるセラミックスは、例えば、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Mn、Tc、Re、Fe、Co、Ni、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt、Cu、Ag、Au、Zn、Cd、Ga、In、Tl、Ge、Sn、Pb、Bi、La、Ceのような金属元素の1種または2種以上の酸化物、窒化物、硫化物、酸窒化物などであ

(3)

3

る。なかでも、可視光線（波長約400nm～約800nm）を照射したとき、光触媒的に高い親水性を示す膜を形成可能な分散液が得られやすいことから、Ti、NbまたはNbの酸化物が好ましく、とりわけアナターゼ型酸化チタン[TiO<sub>2</sub>]が好ましい。このセラミックスの量は、分散液を基準に、通常0.1重量%以上、好ましくは1重量%以上であり、また30重量%以下である。また分散質であるセラミックスは、通常、平均粒子径500nm以下の粒子である。セラミックスの粒子径は小さいほど、分散液の安定性が向上してセラミックスの沈降を抑制することができる所以好ましく、例えば200nm以下、さらには150nm以下が好ましい。

【0008】分散媒である水性媒体は、酸性を示すものであればよく、例えば無機酸の水溶液が挙げられる。無機酸は、具体的には、塩酸のような二元酸（水素酸ともいう）または硝酸、硫酸、リン酸、過塩素酸、炭酸のようなオキソ酸（酸素酸ともいう）などである。このような酸性水性媒体を分散媒とすることにより、セラミックス分散液は、光照射によって容易に親水性を回復する膜を形成可能なものとなる。酸性水性媒体中の酸の量は、セラミックスに対して通常0.0001モル倍以上、好ましくは0.001モル倍以上、また1モル倍以下である。

【0009】本発明のセラミックス分散液は、波長400nmにおける透過率をT<sub>1</sub>（%）とし、波長800nmにおける透過率をT<sub>2</sub>（%）としたとき、前記式(I)で示される指数Xが0.175以下、好ましくは0.16以下、さらに好ましくは0.155以下である。透過率T<sub>1</sub>、T<sub>2</sub>は、紫外可視分光光度計を用いてセラミックス分散液の透過スペクトルを測定し、このスペクトルの波長400nm、800nmにおける透過率を読み取ることにより求めることができる。この指数Xは、セラミックス分散液の光学特性を表す指標であり、指数Xが小さいことは、波長400nmにおける透過率が小さく、800nmにおける透過率が大きいことを意味する。従来公知のセラミックス分散液の場合、同じセラミックス濃度では400nmにおける透過率が大きい。セラミックス濃度を高くすると、400nmにおける透過率は小さくなるが、それとともに800nmの透過率も小さくなつて、指数Xは0.175より大きくなる。このように指数Xが大きいセラミックス分散液では、可視光照射によって容易に親水性を回復する膜を形成することが困難となる。セラミックスの濃度によって、その分散液の各波長における透過率自体は変化するが、濃度が変わっても、2点の波長における透過率の比は概ね一定であり、上記の指数Xも、塗布できる濃度の範囲（通常0.1～30重量%）であれば、その濃度変化によらず、概ね一定となる。

【0010】上で示した本発明のセラミックス分散液は、透過スペクトルを測定したときの、波長400nm

(4)

4

～420nmでのスペクトルの透過率の積算値をAとし、波長780nm～800nmでのスペクトルの透過率の積算値をBとしたときに、下式(II)

$$Y = A / B \quad (II)$$

で示される指数Yが0.4以下、さらには0.3以下、とりわけ0.23以下であるものが好ましい。分散液の前記指数Yが0.4を超えると、これを用いて得られる膜は、可視光照射によって容易に親水性を回復するものとならない。透過率の積算値とは、縦軸に透過率、横軸に波長をとった透過スペクトルにおいて、指定された波長の範囲内で横軸と透過スペクトルとで囲まれた領域の面積を意味する。また、このセラミックス分散液は、上の透過スペクトルを波長について微分して得られる1次微分スペクトル（以下、透過1次微分スペクトルという。）のスペクトル強度が極大となる波長が400nm以上、さらには450nm以上、とりわけ480nm以上、また760nm以下、さらには720nm以下にあるものが好ましい。このような極大となる波長が特定範囲にある分散液を用いることにより、可視光線の照射に対して光触媒的に高い親水性を示す膜を形成することができる。

【0011】上で示した本発明のセラミックス分散液は、例えば、セラミックスと酸と水を混合し、この混合物に分散処理を施すことにより得ることができる。

【0012】ここで用いられるセラミックスは、X線回折で求められる結晶構造をもつ、金属元素と酸素、窒素またはイオウとの化合物が挙げられ、例えば、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Mn、Tc、Re、Fe、Co、Ni、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt、Cu、Ag、Au、Zn、Cd、Ga、In、Tl、Ge、Sn、Pb、Bi、La、Ceのような金属元素の酸化物、窒化物、硫化物、酸窒化物または酸硫化物などである。これらは1種または2種以上組合せて用いることができる。

【0013】分散質が酸化チタンであるとき、この酸化チタンは、チタン化合物と塩基を反応させ、生成物にアンモニアを添加し、熟成した後、固液分離し、ついで固形分を焼成する方法などで調製することができる。この方法では、チタン化合物として、例えば三塩化チタン

【TiC<sub>13</sub>】、四塩化チタン【TiC<sub>14</sub>】、硫酸チタン【Ti(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·mH<sub>2</sub>O, 0≤m≤20】、オキシ硫酸チタン【TiOSO<sub>4</sub>·nH<sub>2</sub>O, 0≤n≤20】、オキシ塩化チタン【TiOC<sub>12</sub>】を用い、チタン化合物と反応させる塩基として、例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、アンモニア、ヒドラジン、ヒドロキシルアミン、モノエタノールアミン、非環式アミン化合物、環式脂肪族アミン化合物を用いる。チタン化合物と塩基の反応は、pH2以上、好ましくは3以上、また7以下、好ましくはpH5以下で行われ、そのときの温度は、通常90℃

(4)

5

以下、好ましくは70℃以下、さらに好ましくは55℃以下である。熟成は、例えば、アンモニアが添加された生成物を、攪拌しながら、0℃以上、好ましくは10℃以上、また110℃以下、好ましくは80℃以下、より好ましくは55℃以下の温度範囲に、1分以上、好ましくは10分以上、また10時間以内、好ましくは2時間以内の条件で保持する方法で行うことができる。上で示した反応と前記の熟成に用いられるアンモニアの総量は、水の存在下でチタン化合物を水酸化チタンに変えるのに必要な塩基の化学量論量を超える量であることが好ましく、例えば1.1モル倍以上であることが好ましい。塩基の量が多いほど、可視光照射によって容易に親水性を回復する膜を形成することできる分散液が得られやすいので好ましく、例えば1.5モル倍以上がさらに好ましい。一方、塩基の量があまり多くなっても、量に見合った効果が得られないで、20モル倍以下、さらには10モル倍以下が適当である。熟成された生成物の固液分離は、加圧濾過、減圧濾過、遠心分離、デカンテーションなどで行うことができる。また固液分離では、得られる固形分を洗浄する操作をあわせて行うことが好ましい。固液分離された固形分または任意の洗浄を行った固形分の焼成は、気流焼成炉、トンネル炉、回転炉などを用いて、通常300℃以上、好ましくは350℃以上、また600℃以下、好ましくは500℃以下、より好ましくは400℃以下の温度条件で行うことができる。このときの時間は、焼成温度や焼成装置の種類により異なり一義的ではないが、通常10分以上、好ましくは30分以上、また30時間以内、好ましくは5時間以内である。焼成して得られる酸化チタンには、必要に応じて、タングステン酸化物、ニオブ酸化物、鉄酸化物、ニッケル酸化物のような固体酸性を示す化合物またはランタン酸化物、セリウム酸化物のような固体塩基性を示す化合物、またインジウム酸化物やビスマス酸化物のような可視光線を吸収する金属化合物を担持してもよい。

【0014】分散質が酸化タングステン[W<sub>2</sub>C<sub>3</sub>]であるとき、この酸化タングステンは、例えば、メタタングステン酸アンモニウムのようなタングステン化合物を焼成する方法で得ることができる。焼成は、タングステン化合物を酸化タングステンにすることができる条件で行えばよく、例えば、250℃～600℃の空気中で行うことができる。分散質が酸化ニオブ[Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>]であるとき、この酸化ニオブは、例えば、シュウ酸水素ニオブのようなニオブ化合物を焼成する方法、またはニオブペンタエトキシド、ニオブペンタイソプロポキシドのようなニオブアルコキシドをアルコールに溶解し、この溶液に無機酸とアルコールとからなる酸性溶液を混合し、濃縮して粘稠溶液を得、これを焼成する方法で得ることができる。また分散質が、酸化チタン、酸化タングステンおよび酸化ニオブ以外のセラミックスであるとき、このセラミックスは、例えば、セラミックスを構成する金属

6

の塩化物、硫酸塩、オキシ硫酸塩もしくはオキシ塩化物とアンモニアを反応させ、この生成物を空気中で焼成する方法、またはセラミックスを構成する金属のアンモニウム塩を空気中で焼成する方法などで調製することができる。

【0015】セラミックスと混合される酸は、例えば無機酸であり、具体的には塩酸のような二元酸もしくは硝酸、硫酸、リン酸、過塩素酸、炭酸のようなオキソ酸などが挙げられる。また水に分散させたセラミックスと混合するときには、塩化水素ガス、二酸化炭素ガスのような、水に溶解したとき酸を生じる酸性ガスを用いることもできる。ここでの酸の混合量は、得られる分散液中のセラミックスに対して通常0.0001モル倍以上、好ましくは0.001モル倍以上、また1モル倍以下である。

【0016】分散処理は、例えば、湿式ミルなどによる方法、超音波照射による方法、または混合物を急激に減圧したり、高速回転する羽根で攪拌して、液中に空洞（キャビティ）を発生させ、その空洞が消滅するときに生じる圧力変化を利用する方法で行うことができる。これらの方法は、単独で行うこともできるし、2以上組合せて行うこともできる。分散処理は85℃未満の温度で行われる。85℃以上の温度で分散処理を行うと、光照射によって容易に親水性を回復する膜を形成することできる分散液を得ることが困難となる。分散処理の温度は低いほど好ましく、例えば、80℃以下、さらには75℃以下が好ましい。一方、分散処理の温度があまり低くなると、得られるセラミックス分散液の安定性が低下するがあるので、10℃以上、さらには20℃以上が好ましい。分散処理時間は、分散処理の温度、使用する装置の種類に応じて適宜選択すればよく、通常1分以上、好ましくは1時間以上、また50時間以内、好ましくは24時間以内である。

【0017】分散処理された混合物には、必要に応じて、pHの調整、遠心分離による粗大粒子を除去する操作または希釈操作が施される。

【0018】上で示した方法で得られた本発明のセラミックス分散液を用いることにより、硝子、プラスチック、金属、陶磁器およびコンクリートのような基材に、光照射によって容易に親水性を回復するセラミックス膜を形成することができる。膜形成は、例えばスピント、ディップコート、ドクターブレード、スプレーまたはハケ塗りなどにより行うことができる。

【0019】

【実施例】以下、本発明を実施例により詳細に説明するが、本発明は本実施例に限定されるものではない。なお、酸化チタンの平均粒子径および結晶構造ならびに酸化チタン分散液の透過率、その積算値および透過1次微分スペクトルのスペクトル強度が極大となる波長は以下の方法で求めた。

(5)

7

【0020】平均粒子径 (nm) : サブミクロン粒度分布測定装置（商品名“N4Plus”、コールター製）を用いて、試料の粒度分布を測定し、累積50重量%径を求め、これを平均粒子径とした。

【0021】結晶構造: X線回折装置（商品名“RAD-II A”、理学電機製）を用いて、試料のX線回折スペクトルを測定し、そのスペクトルから主成分の結晶構造を求めた。

【0022】透過率(%)、透過率の積算値: 横1cm、縦1cm、高さ4.5cmの石英製セルの1つに、固形分濃度0.2重量%に調節した試料（酸化チタン分散液）を入れ、同型石英セルの他の1つに水を入れ、積分球を備えた紫外可視分光光度計（商品名“UV-2500PC”、島津製作所製）を用いて、後者のセルを参照セルとし、硫酸バリウムを標準白板として、酸化チタン分散液の透過スペクトルを測定した。このスペクトルから、波長400nmにおける透過率 $T_1$ (%)および800nmにおける透過率 $T_2$ (%)を求めた。また、波長400nm～420nmでのスペクトルの透過率を積算して積算値Aを求め、波長780nm～800nmでのスペクトルの透過率を積算して積算値Bを求めた。

【0023】透過1次微分スペクトルのスペクトル強度が極大となる波長(nm): 紫外可視分光光度計（商品名“UV-2500PC”、島津製作所製）付属のソフトウェアを用いて、上で得た透過スペクトルのうち、波長400～760nmのスペクトルを波長入について $\Delta\lambda=40$ nmの条件で微分して、透過1次微分スペクトルを求めた。さらに、このソフトウェアを使って、透過1次微分スペクトルのスペクトル強度が極大となる波長を求めた。

#### 【0024】実施例1

〔光触媒用酸化チタンの調製〕オキシ硫酸チタン（ティカ製）338.8gを水225.8gに溶解させ、得られた溶液に3.5重量%過酸化水素水（キシダ化学製）130.9gを添加して、混合溶液を調製した。pH電極と、このpH電極に接続され、2.5重量%アンモニア水（試薬特級、和光純薬工業製）を供給してpHを一定に調整する機構を有するpHコントローラとを備えた反応容器にイオン交換水9000gを入れた。pHコントローラのpH設定を4とし、水のpHを希硫酸を用いて設定値に調整した。またアンモニア水を供給するときの速度は17.9ml/分に設定した。この反応容器では、容器内の液のpHが設定値より低くなると、アンモニア水が供給されはじめ、pHが設定値になるまで前記速度にて連続供給される。この反応容器に、107rpmで攪拌しながら、上で得られた混合溶液を14.9ml/分で添加し、pHコントローラにより反応容器に供給されるアンモニア水と反応させて、生成物を得た。このときの反応温度は、23℃～39℃の範囲であった。得られた生成物を攪拌しながら1時間保持し、ついで2.5重量%ア

(5)

8

ンモニア水（試薬特級、和光純薬工業製）を添加し、攪拌しながら30℃で10分間保持して熟成した。反応容器に供給されたアンモニア水の合計量は374.6gであり、オキシ硫酸チタンを水酸化チタンに変えるために必要な量の2倍であった。熟成後の生成物を加圧濾過し、得られた固体物をイオン交換水で洗浄し、乾燥して、粉末を得た。この粉末を370℃の空気中で1時間焼成した後、室温まで冷却して、含水率1.5重量%の粒子状アナーゼ型酸化チタンを得た。

【0025】〔光触媒用酸化チタン分散液の調製〕6.5重量%硝酸（試薬特級、和光純薬工業製）1.2gを水88.8gで希釈し、この希硝酸に上の粒子状アナーゼ型酸化チタン10gを混合した。このときの硝酸の量は、酸化チタンに対して0.1モル倍であった。この混合物を媒体攪拌式粉碎機（商品名“4TSG-1/8”、五十嵐機械製作所製）を用いて、媒体：外径0.3mmのジルコニア製ビーズ、処理温度：20℃、処理時間：9時間の条件で、分散処理した後、水で希釈して、酸化チタン分散液を得た。この分散液は、固形分濃度が2重量%であり、またその固形分がアナーゼ型結晶構造をもつ平均粒子径140nmの酸化チタンであった。この分散液に水を加えて、固形分濃度を0.2重量%に調整した後、分散液の透過スペクトルを測定した。この透過スペクトルを図1に、波長400nmにおける透過率 $T_1$ 、波長800nmにおける透過率 $T_2$ 、指數X( $=T_1/T_2$ )、波長400nm～420nmでのスペクトルの透過率の積分値A、波長780nm～800nmでのスペクトルの透過率の積分値Bおよび指數Y( $=A/B$ )を表1に示す。また透過率1次微分スペクトルを図2に、極大値の位置を表1に示す。

【0026】〔酸化チタン膜の形成〕上で得られた固形分濃度2重量%の酸化チタン分散液を、縦76mm、横26mm、厚さ1mmのスライド硝子に塗布した後、スピンドル（商品名“1H-D3”、ミカサ製）を用いて、300rpmで3秒間、ついで500rpmで20秒間回転させて、過剰の分散液を取り除いた後、スライド硝子を150℃で乾燥した。スライド硝子に分散液を塗布、乾燥する操作を合計3回行って、スライド硝子の片面全体に酸化チタン膜を形成した。

【0027】〔酸化チタン膜の親水性評価〕オレイン酸0.05重量%のアセトン溶液を上で形成した酸化チタン膜を有するスライド硝子に塗布し、スピンドル（商品名“1H-D3”、ミカサ製）を用いて、3000rpmで5秒間、ついで7000rpmで60秒間回転させて、過剰のオレイン酸含有アセトン溶液を取り除いた後、スライド硝子を110℃で乾燥して、試験片を作製した。この試験片について、水滴の接触角を接触角計（型名“CA-A型”、協和界面科学製）を用いて測定した。つぎに、この試験片に、紫外線カットフィルム（商品名“UV-Guard”、富士写真フィルム製）を装着した1

(6)

9

8 W白色蛍光灯（商品名“サンライズ20形FL20SSW/18-B”、日立製作所製）を光源として用いて、25℃の室温で可視光線を照射した。このとき、試験片と白色蛍光灯の間隔を2cmとした。光照射128時間後の試験片について、水滴の接触角を測定した。結果を表2に示す。

## 【0028】比較例1

市販の光触媒用酸化チタン分散液（商品名“STS-01”、分散媒：中性水溶液、固体分濃度：30重量%、分散液中酸化チタンの平均粒子径：50nm、石原産業製）を用いた以外は、実施例1の【酸化チタン膜の形成】と同じ操作を行い、スライド硝子の片面全体に酸化チタン膜\*

\*を形成した。このとき用いた酸化チタン分散液に水を加えて、固体分濃度を0.2重量%に調整した後、分散液の透過スペクトルを測定した。この透過スペクトルを図3に、透過率1次微分スペクトルを図4に示す。また酸化チタン分散液の光学物性を表1に示す。

【0029】酸化チタン膜を形成したスライド硝子について、実施例1の【酸化チタン膜の親水性評価】と同じ方法で親水性を評価した。このときの結果を表2に示す。

## 【0030】

【表1】

	実施例1	比較例1
波長400nmにおける透過率T <sub>1</sub> (%)	5.06	19.12
波長800nmにおける透過率T <sub>2</sub> (%)	52.94	91.08
指数X (=T <sub>1</sub> /T <sub>2</sub> )	0.096	0.210
波長400nm～420nmでのスペクトルの透過率の積算値A	115.1	444.5
波長780nm～800nmでのスペクトルの透過率の積算値B	1030	1818
指数Y (=A/B)	0.112	0.244
透過1次微分スペクトルのスペクトル強度が極大となる波長(nm)	696	441

## 【0031】

※※【表2】

	実施例1	比較例1
光照射前の接触角(°)	115	104
光照射128時間後の接触角(°)	25	35

## 【0032】

【発明の効果】本発明のセラミックス分散液によれば、硝子、プラスチック、金属、陶磁器、コンクリートのような基材に、光触媒的に高い親水性を示す膜を形成することができる。また本発明の製造方法によれば、前記セラミックス分散液を容易に製造することができる。

## 【図面の簡単な説明】

## 【図1】 実施例1の酸化チタン分散液の透過スペクトル

ル。

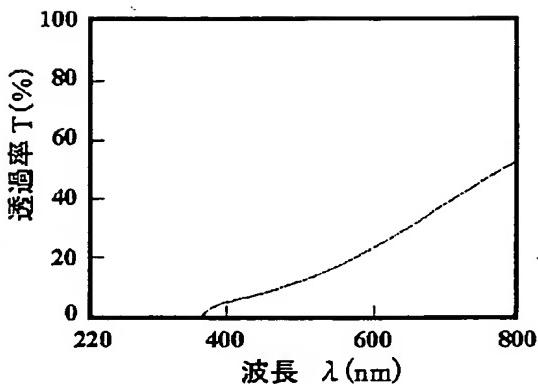
【図2】 実施例1の酸化チタン分散液の透過1次微分スペクトル。

【図3】 比較例1で用いた市販の光触媒用酸化チタン分散液の透過スペクトル。

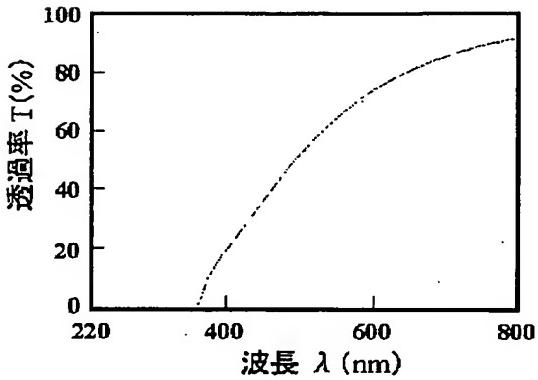
【図4】 比較例1で用いた市販の光触媒用酸化チタン分散液の透過1次微分スペクトル。

(7)

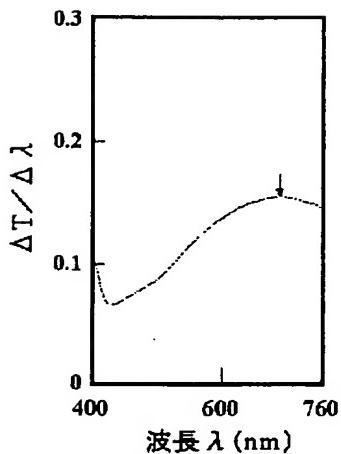
【図1】



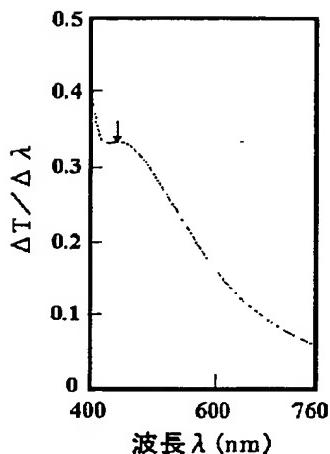
【図3】



【図2】



【図4】



## フロントページの続き

(72)発明者 安東 博幸  
愛媛県新居浜市惣開町5番1号 住友化学  
工業株式会社内

Fターム(参考) 4G047 CA02 CB04 CB08 CC03 CD07  
4G069 AA02 AA05 AA08 BA04A  
BA04B BA14B BA48A BB01C  
BB05C BB08C BB10C BB16C  
BC02C BC03C BC50C BD01C  
BD06C BE14C BE21C EA11  
EB19 EC22X EC22Y ED01  
FA01 FB06 FB08 FC02 FC03  
FC09  
4J038 AA011 HA09 HA211 HA23  
HA33 HA37 HA41 HA561  
LA03 LA06 MA08 MA10 MA14